

XP-002410600

(C) WPI / Thomson

AN - 1984-266227 [43]  
AP - JP19830031788 19830301  
PR - JP19830031788 19830301  
TI - Cadmium sulphide powder prodn. - for use as photosensitive substance  
in electrophotography, by pptn. from emulsion contg. cpd. decomposing  
to hydrogen sulphide  
IW - CADMIUM SULPHIDE POWDER PRODUCE PHOTOSENSITISER SUBSTANCE  
ELECTROPHOTOGRAPHIC PRECIPITATION EMULSION CONTAIN COMPOUND DECOMPOSE  
HYDROGEN  
IN - SUMINO F  
PA - (CANO ) CANON KK  
PN - JP59162135 A 19840913 DW198443  
PD - 1984-09-13  
IC - C01G11/02  
DC - E32 G08  
AB - Method comprises dissolving Cd(++) and a sulphur cpd. able to be  
thermodecomposed to H<sub>2</sub>S in water to obtain an aq. soln. mixing the  
soln. with an organic medium in the presence of a surfactant to obtain  
an emulsion and heating the emulsion to obtain cadmium sulphide powder.  
In an example CdSO<sub>4</sub>, CuSO<sub>4</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, and H<sub>2</sub>NCSNH<sub>2</sub> were mixed with  
pure water. The aq. soln. was mixed with toluene and a surfactant to  
obtain a W/O type emulsion. The emulsion was stirred and heated at 80  
deg.C to obtain pptes. which were filtered, washed with water and  
methanol, dried at 200 deg.C, calcined at 450 deg.C in air, washed  
with water, and dried at 70 deg.C to obtain cadmium sulphide powder.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—162135

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 01 G 11/02

識別記号

庁内整理番号  
6977—4G

⑬ 公開 昭和59年(1984)9月13日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 硫化カドミウム粉体の製造方法

⑯ 特 願 昭58—31788  
⑰ 出 願 昭58(1983)3月1日  
⑱ 発 明 者 角野文男  
東京都大田区下丸子3丁目30番

2号キヤノン株式会社内  
⑲ 出 願 人 キヤノン株式会社  
東京都大田区下丸子3丁目30番  
2号  
⑳ 代 理 人 弁理士 狩野有

明 細 書

1. 発明の名称

硫化カドミウム粉体の製造方法

2. 特許請求の範囲

- (1) Cd<sup>++</sup>イオンと加熱することにより分解して硫化水素を発生しうる硫黄源とを含有する水溶液を界面活性剤を用い有機溶媒中でエマルジョン化し、その溶液を加熱反応させることを特徴とする硫化カドミウム粉体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、硫化カドミウム粉体の製造方法に関する。

硫化カドミウム粉体の製造方法としては、大別して乾式法と湿式法の2つの方法があるが、工業的には主に硫酸カドミウム、塩化カドミウム等の水溶性塩類の溶液に硫化水素ガスを反応させる湿式法が実施されている。沈殿時の反応条件により種々の色調・粒径を有する粉体を得られ、顔料として広く利用されている。

ている。

電子写真感光体用としては、得られた粉体に更にフラックスを加えて焼成し、Cu、Ag、Cd等の不純物をドーブしたり、又は反応時に予めCu、Ag、Cd等を共沈させてから焼成したりして硫化カドミウム粉体を活性化して利用される。しかし、カドミウム塩類の水溶液に硫化水素ガスを反応させる系においては、反応系のCdイオン濃度が高くなるに連れて沈殿粒子の形状が不定形化し凝集体が発生し粒度分布の巾が広くなり、かつ著しい場合にはフレークと称される直径10～30ミクロン程度の平板状凝集体が数多く生成することがある。硫化カドミウムは、感度は良いが暗抵抗が低いため、主に粉体を結着剤中に分散させた樹脂分散系として実用化されており、粒子形状が悪化しフレーク等の粗大凝集体が存在すると、分散不良等の原因となり、感光層塗面が粗雑化し画像不良を生じ易くなる。更に光導電層の上に絶縁層を設ける層構成の感光

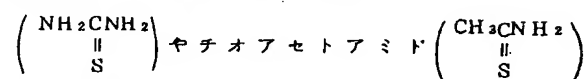
体では、絶縁層樹脂の溶剤が光導電層にしみ込み易くなる可能性も生じてくる。又、反応系のCdイオン濃度を低くすると粒子形状は良くなるが、1パッチ当りの収量という点から考えて、生産性の低下という問題が生じる。

本発明は、Cdイオン高濃度系においても凝集、特にフレークのような粗大な凝集体がない、硫化カドミウム粉体を製造する方法を提供することを主たる目的とする。

本発明は、カドミウム塩とチオ尿素、チオアセトアミド等の水溶性硫黄化合物を溶解混合させた水溶液を有機溶媒中に、界面活性剤を用いてエマルジョンとして分散含有させた水溶液を徐々に加熱していき、チオ尿素・チオアセトアミド等を分散させCd<sup>2+</sup>イオンと反応させることを特徴とする硫化カドミウム粉体の製造方法である。即ち、Cd<sup>2+</sup>イオンと加熱することにより分解して硫化水素を発生しうる硫黄源とを含有する水溶液を界面活性剤を用い、ベンゼン、トルエン、キシレン等の

有機溶媒中で乳化しW/O型エマルジョンを生成させておき、それから徐々に加熱していき各エマルジョン粒子内で、いわゆる均一沈殿反応を起こさせることにより、粒度分布の巾が非常に狭く、かつ粗大粒子の少ない硫化カドミウム粉体を得ることが可能となった。

本発明方法に用いられる界面活性剤としては非イオン系界面活性剤が好ましく、例えばソルビタンエステル型、ソルビタンエステルエーテル型の界面活性剤が適している。また硫黄源としては、チオ尿素



などが適している。

乳化方法としては、ホモジナイザーによる強力な攪拌・超音波照射等が有効である。生成したエマルジョンの安定性、粒径は使用する界面活性剤の種類や濃度、水相と油相との構成比などによって支配されており、条件によっては、W/O型のエマルジョンを形成せず

O/W型のエマルジョンを形成してしまうことがある。これらのことを考えると、カドミウム塩水溶液濃度としては、0.1mol/L ~ 1.0mol/L、同じく硫黄源濃度も0.1mol/L ~ 1.0mol/L、界面活性剤濃度としては1wt% ~ 5wt%程度、水相と油相の混合比としては水/油=5/3 ~ 3/1(容積比)程度が好ましい。

本発明方法によれば、非常に微細なエマルジョン粒子内でさらに均一沈殿反応が起こるため、粒度分布の巾が狭く、更に結晶性の高い硫化カドミウム粉体を得られる。また、硫化水素ガスを特に用意する必要がないので、作業環境の保全、公害発生の防止が容易となる。

#### 実施例

CdSO<sub>4</sub> 0.5mol/L、CuSO<sub>4</sub> 1.0×10<sup>-4</sup> mol/L、  
cong HCl 14.5mL、cong H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 13.0mL、  
及びチオ尿素(H<sub>2</sub>NCSNH<sub>2</sub>) 0.5mol/Lを純水に溶解させ500mLとした溶液(硫酸々性1.0N、塩酸々性0.1N)とトルエン1000

mL、界面活性剤として商品名：ノニオンOT-221(日本油脂製：ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート)を20g混合し、ホモジナイザーで強力に攪拌しW/O型エマルジョンとした。その後、内容量2Lの反応器に移し、攪拌しながら液温を80℃で徐々に上昇させ、1時間80℃に保ち完全に反応させた。反応終了後沈殿を浮別し、水及びメタノールで十分に洗浄し、界面活性剤を完全に除去した後、200℃で10時間乾燥した。その後、空気中で450℃、1時間焼成し洗液の電導度が1%以下となるまで洗浄、脱イオン処理を行った。70℃で一晩乾燥後、この硫化カドミウム粉体を塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体系樹脂を結着剤としてアルミ基板上に40μの厚さに塗布し、更に上に厚さ30μの絶縁層を設けて測定用感光体とした。この感光体を、一次帯電(+)→AC除電同時像露光→全面露光を基本プロセスとする複写機を用いて画像を評価した。

以上の結果、製造された硫化カドミウム粉体には板状凝集体フレークが少なく、粒度分布の巾も狭い。また、このカドミウム粉体を用いて塗布した光導電層塗面は平滑性にも優れ、面質、特にハーフトーン原稿のガサツキが少ないことが認められた。

特許出願人 キヤノン株式会社

代理人 弁理士 狩 野 有